

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-232061

(43)Date of publication of application : 10.09.1996

(51)Int.Cl.

C23C 14/34
B21J 1/04
B21J 5/00
C22F 1/18
// H01L 21/203

(21)Application number : 07-064680

(71)Applicant : SUMITOMO SITIX CORP

(22)Date of filing : 27.02.1995

(72)Inventor : ONISHI TAKASHI
YOSHIMURA YASUTOKU
OKAMOTO SETSUO

(54) METHOD FOR FORGING HIGH PURITY TITANIUM MATERIAL

(57)Abstract:

PURPOSE: To produce a high quality sputtering target capable of giving a sputtered film thickness excellent in uniformity by performing sufficient secondary forging at a temp. not higher than the transformation point in succession to primary forging at a temp. not lower than the transformation point, at the time of forging a high purity titanium material.

CONSTITUTION: Primary forging, combining cogging with upsetting, is applied one or more times to a high purity titanium material at a temp. not lower than the transformation point (desirably about 900-950°C) so that forging ratio becomes ≥ 5 (desirably ≤ 10) to destroy cast structure. Subsequently, secondary forging, combining cogging with upsetting, is done one or more times at a temp. in the range not higher than the transformation point and not lower than about 500°C so that forging ratio becomes ≥ 5 (desirably about 15-20) to accumulate working strain. By this procedure, crystalline grains can be refined in the following rolling and heat treatment stages. By this method, the titanium target for sputtering, improved in film thickness uniformizing effect, can be obtained.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

04.08.1997

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the
examiner's decision of rejection or application]

converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2984778

[Date of registration] 01.10.1999

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

METHOD FOR FORGING HIGH PURITY TITANIUM MATERIAL

Publication number : 08-232061

Date of publication of application : 10.09.1996

Application number : 07-064680

Applicant : SUMITOMO SITIX CORP

Date of filing : 27.02.1995

Inventors: ONISHI TAKASHI
 YOSHIMURA YASUTOKU
 OKAMOTO SETSUO

DETAILED DESCRIPTION OF THE INVENTION

[0001]

[Industrial Application] This invention relates to the forging approach of high grade titanium material used for manufacture of the titanium target for sputtering.

[0002]

[Description of the Prior Art] In manufacture of a semi-conductor device, in order to form a wiring material and a barrier metal in a semiconductor device, the thin film coating technology of the high grade titanium by sputtering is used. The high grade titanium target used for this sputtering is usually manufactured through each process of casting, forging, rolling, and heat treatment.

[0003] By the way, in order to attain equalization of spatter thickness, while detailed-ization of crystal grain is needed, therefore preparing a configuration with forging and rolling, he is trying to control the diameter of crystal grain by recrystallization by rolling and heat treatment in such a titanium target for sputtering.

[0004] Although forging was conventionally performed for the purpose of plastic surgery of a casting, and it was carried out here in order that manufacture of the titanium target for sputtering might also prepare the configuration of a casting in the configuration of having been suitable for rolling, chiefly, partly, it was used also for destruction of cast structure. For example, although it is not for manufacturing a sputtering target, when forging ratios 5-8 are forged at the temperature more than the transformation point by the repeat of cogging and a lump [set] in forging of a titanium alloy and 3-4 are forged into JP,62-286639,A at the temperature below the transformation point, it is shown that crystal grain was made detailed.

[0005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] Also in the case of high grade titanium, the forging by the repeat of such cogging and a lump [set] is effective in destruction of cast structure. However, the effect which rolls out and heat-treats the forging of the high grade titanium, and it has on equalization of spatter thickness also as a sputtering target was small, and the effectiveness with effectiveness was not acquired.

[0006] The purpose of this invention is to offer the forging approach of the high grade titanium for manufacturing the high titanium target for sputtering of the thickness equalization effectiveness.

[0007]

[Means for Solving the Problem] In order to manufacture the high titanium target for sputtering of the thickness equalization effectiveness, this invention persons repeated the experiment paying attention to the forging process. Consequently, forging by the repeat of cogging and a lump [set], especially forging in the temperature below the transformation point are important in manufacture of the titanium target for sputtering. Not functioning enough, when the repeat forging shown in JP,62-280639,A manufactures a sputtering target By being because forging in the temperature below the transformation point running short, equivalent [to forging in the temperature more than the transformation point] or making forging in the temperature below the transformation point bigger than this It became clear that the sputtering target manufactured from the forging shows the high thickness equalization effectiveness.

[0008] In the forging process of the high grade titanium material for this invention having been made based on this knowledge, and manufacturing the titanium target for sputtering After performing primary forging which combined cogging and a set lump once or more so that a forging ratio may become five or more at the temperature more than the transformation point, Let the forging approach of the high grade titanium material characterized by performing secondary forging which combined cogging and a set lump so that a forging ratio might become five or more at the temperature below the transformation point once or more be a summary.

[0009]

[Function] High grade titanium points out the thing more than 4-N5 (99.995%) by the forging approach of this invention. Moreover, it is the value which totaled cogging and each area ratio which sets and comes out as the forging ratio as shown in drawing 1 . And by the forging approach of this invention, five or more primary forging and secondary forging are performed for a forging ratio.

[0010] Primary forging aims at destruction of cast structure. Therefore, this processing is performed at the temperature more than the transformation point when workability is good. However, forging temperature high beyond the need promotes oxidation on the front face of an ingredient. Desirable forging temperature is 900-950 degrees C. The forging ratio in primary forging was made or more into five because destruction of cast structure ran short less than [this]. However, since more nearly secondary forging mentioned later does not have semantics with big workability but big workability becomes the cause of worsening economical efficiency rather, as an upper limit of a shaping ratio, ten or less are desirable, and this processing is enough as the count of processing at once.

[0011] Secondary forging aims at are recording of processing distortion. Since processing is performed by primary forging at the temperature more than the transformation point with sufficient workability, processing distortion cannot be accumulated even if it can destroy cast structure. When recrystallization is promoted by ** which accumulates processing distortion by secondary forging by rolling and the heat treatment process following this and detailed-ization of crystal grain is attained, the sputtering target becomes the thing excellent in the homogeneity of thickness. In order to accumulate

processing distortion, casting temperature in secondary forging is performed at the temperature below the transformation point which is not good as for workability. However, since there is a possibility that a crack may arise in processing when forging temperature is too low, as a minimum of the forging temperature in secondary forging, 500 degrees C or more are desirable. As workability, a five or more minimum forging ratio is required, and 20 or more are still more desirable [ten or more]. However, when economical efficiency is taken into consideration, 10-20 are desirable and 15-especially 20 are desirable. The count of processing is [two or more] also desirable, and especially 3 times are desirable.

[0012] Using the combination of cogging and a lump [set] for destroying cast structure and making a macrostructure into homogeneity in primary forging and secondary forging, it is for accumulating processing distortion and making detailed subsequent rolling and crystal grain in a heat treatment process by making a forging ratio increase in secondary forging by making a forging ratio increase in primary forging.

[0013]

[Example] The example of this invention is shown below and effectiveness of this invention is clarified by contrasting with the example of a comparison.

[0014] 99.995% (4N5) of high grade titanium ingot which shows an impurity in Table 1 was forged on condition that Table 2. to the forging in a monograph affair, it set with cogging, and the lump direction was alike, respectively, it received and the macrostructure judging of a perpendicular cross section was performed. The acceptance standard of a macrostructure judging was set to 5mm or less by the maximum length of crystal grain.

[0015]

[Table 1]

単位 : ppm

Fe	Cr	Ni	Na	K	Th	U	O
10	3	2	<0.1	<0.1	<0.001	<0.001	250

[0016]

[Table 2]

No.	1050~ 800℃ 加 熱	800℃ 加 熱	800℃ 加 熱	鍛造材 マクロ 結 晶 粒 径 の 測 定 値 (μm)	タージット 結 晶 粒 径 (μm)	スベック 炭素分 (%)	
1	8	—	—	否	未再結晶化有	12	
2	5	—	4	—	否	未再結晶化有	11
3	14	—	5	1	否	50	10
4	15	1	—	—	合	未再結晶化有	12
5	17	2	—	—	合	未再結晶化有	12
6	7	1	8	—	合	未再結晶化有	11
7	7	1	10	1	合	30	8
8	7	1	14	2	合	20	7
9	7	1	20	3	合	10	5
10	5	1	5	1	合	50	9
11	10	1	15	1	合	15	7
12	17	2	10	1	合	30	8

[0017] After rolling out the forging in a monograph affair at the heating temperature of 300 degrees C, and 50% of rolling reduction, 500-degree C heat treatment was performed and it considered as the sputtering target. The diameter of crystal grain of a target was measured with the intercept method. Moreover, sputtering was performed using each target and thickness distribution was measured. The average thickness of the thin film formed of sputtering is about 500A, and thickness distribution was expressed with the (maximum thickness-minimum thickness) / (average thickness x2) x100(%).

[0018] In No.1, since combination of cogging and a lump [set] was not adopted by primary forging and secondary forging was not performed, either, the macrostructure of a forging became a rejection, the non-recrystallized grain remained also in the target which received rolling and heat treatment, and spatter thickness distribution was 12%. Even if it performs secondary forging like No.2 and 3, spatter thickness is not equalized so much.

[0019] Although the macrostructure of a forging was passing in No.4 and 5 since combination of cogging and a lump [set] was performed by primary forging, the non-recrystallized grain remained in the target and spatter thickness distribution was not different from the case of No.1. Even if it performs secondary forging like No.6, and it carries out workability in primary forging to it being inadequate greatly, spatter thickness is not equalized so much.

[0020] Since combination of cogging and a lump [set] was performed by primary forging and secondary forging No.7-12 and processing sufficient by the secondary forging was performed to these, the detailed crystal grain in which the macrostructure of a forging is passing and a target does not have a non-recrystallized grain, either was obtained, consequently distribution of spatter thickness was equalized sharply.

[0021]

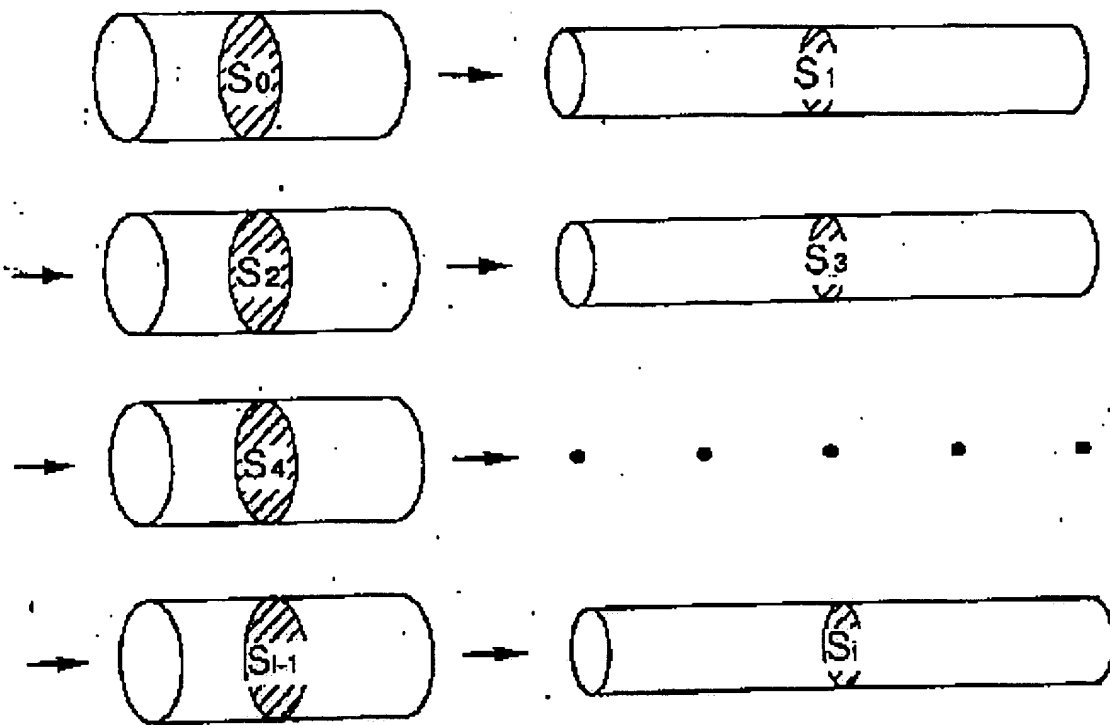
[Effect of the Invention] By performing sufficient secondary forging below in the transformation point after primary forging more than the transformation point, the forging approach of the high grade titanium material of this invention can offer the quality titanium target for sputtering excellent in the homogeneity of spatter thickness, and contributes to high integration of a semi-conductor device etc. as explained above.

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is drawing showing combination processing of cogging and a lump [set], and the forging ratio in the processing.

[Claim(s)]

[Claim 1] The forging approach of the high grade titanium material characterized by performing secondary forging which combined cogging and a set lump so that a forging ratio might become five or more at the temperature below the transformation point once or more after performing primary forging which combined cogging and a set lump once or more in the forging process of the high grade titanium material for manufacturing the titanium target for sputtering so that a forging ratio may become five or more at the temperature more than the transformation point.



$$\text{鍛錬成形比} = \frac{S_0}{S_1} + \frac{S_2}{S_1} + \frac{S_2}{S_3} + \frac{S_4}{S_3} + \dots + \frac{S_{i-1}}{S_i} + \frac{S_{i+1}}{S_i}$$

* 但し、鍛造回数が奇数の時は $\frac{S_{i+1}}{S_i}$ を省略し、 i には鍛造回数を代入

◇ 偶数 ◇ (鍛造回数) - 1 を i に代入

66757.1

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-232061

(43) 公開日 平成8年(1996)9月10日

(51) Int. Cl. ⁶	識別記号	片内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 3 C 14/34			C 2 3 C 14/34	A
B 2 1 J 1/04			B 2 1 J 1/04	
	5/00		5/00	E
C 2 2 F 1/18			C 2 2 F 1/18	H
// H 0 1 L 21/203			H 0 1 L 21/203	S
審査請求 未請求 請求項の数 1 F D (全 4 頁)				

(21) 出願番号 特願平7-64690

(22) 出願日 平成7年(1995)2月27日

(71) 出願人 000205351

住友シチックス株式会社
兵庫県尼崎市東浜町1番地

(72) 発明者 大西 隆

兵庫県尼崎市東浜町1番地 住友シチックス株式会社内

(72) 発明者 宮村 泰徳

兵庫県尼崎市東浜町1番地 住友シチックス株式会社内

(72) 発明者 岡本 簡男

兵庫県尼崎市東浜町1番地 住友シチックス株式会社内

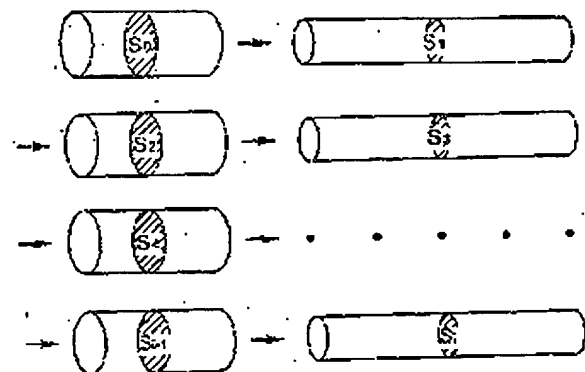
(74) 代理人 弁理士 左形 元重 (外1名)

(54) 【発明の名称】 高純度チタン材の鍛造方法

(57) 【要約】

【目的】 スパッタ膜厚の均一性に優れたチタンターゲットを製造するための高純度チタン材の鍛造方法を提供する。

【構成】 変態点以上の温度で鍛錬成形比が5以上となるように鍛伸と鍛え込みを組み合わせた1次鍛造加工を行なう。その後、変態点以下の温度で鍛錬成形比が5以上となるように鍛伸と鍛え込みを組み合わせた2次鍛造加工を行なう。



$$\text{鍛錬成形比} = \frac{S_0}{S_1} + \frac{S_2}{S_1} + \frac{S_2}{S_2} + \frac{S_n}{S_3} + \dots + \frac{S_{n+1}}{S_{n+1}}$$

(2)

特開平 8-232061

1

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 スパッタリング用のチタンターゲットを製造するための高純度チタン材の鍛造プロセスにおいて、変態点以上の温度で鍛錬成形比が 5 以上となるように鍛伸と鍛え込みを組み合わせた 1 次鍛造加工を 1 回以上行った後、変態点以下の温度で鍛錬成形比が 5 以上となるように鍛伸と鍛え込みを組み合わせた 2 次鍛造加工を 1 回以上行なうことを特徴とする高純度チタン材の鍛造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、スパッタリング用チタンターゲットの製造に用いられる高純度チタン材の鍛造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 半導体デバイスの製造においては、配線材料やバリヤメタルを半導体素子に形成するために、スパッタリングによる高純度チタンの薄膜形成技術が用いられている。このスパッタリングに用いられる高純度チタンターゲットは、通常、鑄造、鍛造、圧延、熱処理の各プロセスを経て製造される。

【0003】ところで、このようなスパッタリング用チタンターゲットにおいては、スパッタ膜厚の均一化を図るために、結晶粒の微細化が必要とされており、そのために鍛造および圧延で形状を整えると共に、圧延および熱処理での再結晶により、結晶粒径を制御するようにしている。

【0004】ここで鍛造は、従来は鑄造材の整形を主眼として行なわれ、スパッタリング用チタンターゲットの製造でも専ら鑄造材の形状を圧延に適した形状に整えるために行なわれていたが、一部では鑄造組織の破壊にも利用されていた。例えば特開昭 62-286639 号公報には、スパッタリングターゲットを製造するためのものではないが、チタン合金の鍛造において鍛伸と鍛え込みの繰り返しにより変態点以上の温度では鍛錬成形比 5 ～ 8 の鍛造を行い、変態点以下の温度では 3 ～ 4 の鍛造を行った場合に、結晶粒が微細化されたことが示されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 このような鍛伸と鍛え込みの繰り返しによる鍛造は、高純度チタンの場合にも鑄造組織の破壊に有効である。しかし、その高純度チタンの鍛造材を圧延、熱処理してスパッタリングターゲットとすると、スパッタ膜厚の均一化がうまく行かなくなる。

2

スパッタリング用チタンターゲットを製造するため、本発明者らは鍛造プロセスに着目し、実験を繰り返した。その結果、鍛伸と鍛え込みの繰り返しによる鍛造加工、特に変態点以下の温度での鍛造加工が、スパッタリング用チタンターゲットの製造では重要であること、特開昭 62-280639 号公報に示されている繰り返し鍛造がスパッタリングターゲットを製造する場合に十分機能しないのは、変態点以下の温度での鍛造加工が不足するためであり、変態点以下の温度での鍛造加工を変態点以上の温度での鍛造加工と同等かこれより大きなものとするにより、その鍛造材から製造されたスパッタリングターゲットは、高い膜厚均一化効果を示すことが明らかになった。

【0008】本発明はかかる知見に基づきなされたもので、スパッタリング用チタンターゲットを製造するための高純度チタン材の鍛造プロセスにおいて、変態点以上の温度で鍛錬成形比が 5 以上となるように鍛伸と鍛え込みを組み合わせた 1 次鍛造加工を 1 回以上行った後、変態点以下の温度で鍛錬成形比が 5 以上となるように鍛伸と鍛え込みを組み合わせた 2 次鍛造加工を 1 回以上行なうことを特徴とする高純度チタン材の鍛造方法を要旨とする。

【0009】

【作用】 本発明の鍛造方法で高純度チタンとは 4N5 (99.995%) 以上のものを指す。また、鍛錬成形比とは、図 1 に示すように、鍛伸および鍛え込みでの各断面積比を合計した値である。そして本発明の鍛造方法では、鍛錬成形比が 5 以上の 1 次鍛造加工および 2 次鍛造加工が行われる。

【0010】1 次鍛造加工は鑄造組織の破壊を目的とする。そのため、加工性が良好な変態点以上の温度でこの加工を行なう。ただし、必要以上に高い鍛造温度は材料表面の酸化を促進する。望ましい鍛造温度は 900 ～ 950℃である。1 次鍛造加工での鍛錬成形比を 5 以上としたのは、これ未満では鑄造組織の破壊が不足するからである。ただし、この加工では後述する 2 次鍛造加工ほど加工度が大きな意味を持たず、大きな加工度はむしろ経済性を悪化させる原因になるので、成形比の上限としては 10 以下が望ましく、加工回数は 1 回で十分である。

【0011】2 次鍛造加工は加工歪の蓄積を目的とする。1 次鍛造加工では加工性の良い変態点以上の温度で加工が行われるので、鑄造組織を破壊することはできておらず、加工歪が蓄積する。このため、2 次鍛造加工で加工歪を除去する必要がある。

(3)

特開平 8-232061

3

4

じるおそれがあるので、2次鍛造加工での鍛造温度の下限としては500℃以上が望ましい。加工度としては最小限5以上の鍛錬成形比が必要であり、10以上が望ましく20以上が更に望ましい。ただし経済性を考慮すると10～20が望ましく15～20が特に望ましい。加工の回数も2以上が望ましく3回が特に望ましい。

【0012】1次鍛造加工および2次鍛造加工において鍛伸と鍛え込みの組み合わせを使用するのは、1次鍛造加工では、鍛錬成形比を増加させることにより鑄造組織を破壊してマクロ組織を均一にするためであり、2次鍛造加工では鍛錬成形比を増加させることにより加工歪を蓄積し、その後の圧延、熱処理工程での結晶粒を微細化*

*するためである。

【0013】

【実施例】以下に本発明の実施例を示し、比較例と対比することにより本発明の効果を明らかにする。

【0014】不純物を表1に示す99.995% (4N5)の高純度チタン鑄塊を表2の条件で鍛造した。各条件での鍛造材に対し、鍛伸と鍛え込み方向のそれぞれに対して垂直な断面のマクロ組織判定を行った。マクロ組織判定の合格基準は、結晶粒の最大長さで5mm以下とした。

【0015】

【表1】

単位：ppm

Fe	Cr	Ni	Na	K	Th	U	O
10	3	2	<0.1	<0.1	<0.001	<0.001	250

【0016】

※ ※【表2】

No.	1050～ 800℃ 加熱		800～ 600℃ 加熱		鍛造材 マクロ 組織 判定	ターゲット 結晶粒径 (μm)	スパッタ 膜厚分布 (%)
	鍛錬 成形 比	繰り 返し 数	鍛錬 成形 比	繰り 返し 数			
1	9	—	—	—	否	未再結晶粒有	12
2	5	—	4	—	否	未再結晶粒有	11
3	14	—	5	1	否	50	10
4	15	1	—	—	合	未再結晶粒有	12
5	17	2	—	—	合	未再結晶粒有	12
6	7	1	8	—	合	未再結晶粒有	11
7	7	1	10	1	合	30	8
8	7	1	14	2	合	20	7
9	7	1	20	3	合	10	5
10	5	1	5	1	合	50	9
11	10	1	15	1	合	15	7
12	17	2	10	1	合	30	8

【0017】各条件での鍛造材を加熱温度900℃で圧延

し、その後の圧延温度900℃で圧延し、900℃で冷却した。

(4)

特開平8-232061

5

6

い。

【0019】No. 4, 5では、1次鍛造加工で鍛伸と鍛え込みの組み合わせを行ったので、鍛造材のマクロ組織は合格となったが、ターゲットには未再結晶粒が残り、スパッタ膜厚分布はNo. 1の場合と変わらなかった。No. 6のように2次鍛造加工を行なっても、それが不十分であると、1次鍛造加工での加工度を大きくしてもスパッタ膜厚はそれほど均一化されない。

【0020】これらに対し、No. 7～12では1次鍛造加工および2次鍛造加工で鍛伸と鍛え込みの組み合わせを行い、かつその2次鍛造加工で十分な加工を行ったので、鍛造材のマクロ組織は合格となり、ターゲットでも*

* 未再結晶粒のない微細な結晶粒が得られ、その結果、スパッタ膜厚の分布は大幅に均一化された。

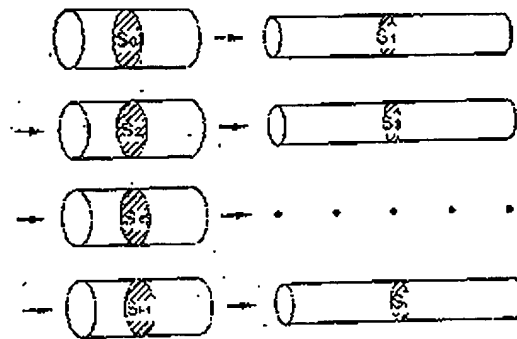
【0021】

【発明の効果】以上に説明した通り、本発明の高純度チタン材の鍛造方法は、変態点以上の1次鍛造加工に続けて変態点以下で十分な2次鍛造加工を行うことにより、スパッタ膜厚の均一性に優れた高品質なスパッタリング用チタンターゲットを提供でき、半導体デバイスの高集積化等に寄与する。

【図面の簡単な説明】

【図1】鍛伸と鍛え込みの組み合わせ加工およびその加工での鍛錬成形比を示す図である。

【図1】



$$\text{鍛錬成形比} = \frac{S_0}{S_1} + \frac{S_1}{S_2} + \frac{S_2}{S_3} + \frac{S_3}{S_4} + \dots + \frac{S_{i-1}}{S_i} + \frac{S_i}{S_{i+1}}$$

* 但し、鍛造回数が高数の時は $\frac{S_{i-1}}{S_i}$ を省略し、 i は 鍛造回数を代入
 ・ 例数 ・ (鍛造回数) - 1, i に代入